

[19]中华人民共和国专利局

[51]Int.Cl⁶

C09G 1/18



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 97101813.8

[43]公开日 1997 年 10 月 15 日

[11] 公开号 CN 1161999A

[22]申请日 97.1.28

[30]优先权

[32]96.1.29 [33]JP[31]12592 / 96

[32]96.9.13 [33]JP[31]243421 / 96

[32]96.9.13 [33]JP[31]243196 / 96

[71]申请人 不二见株式会社

地址 日本爱知县

[72]发明人 児玉一志 铃村聡 横道典孝
三浦史朗 大竹秀树 河村笃纪
伊东真时

[74]专利代理机构 上海专利商标事务所

代理人 林蕴和

权利要求书 1 页 说明书 11 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 抛光组合物

[57]摘要

一种抛光组合物，它含有氮化硅细粉、水和一种酸。

权 利 要 求 书

1. 一种抛光组合物，它含有氮化硅细粉、水和一种酸。
2. 如权利要求 1 所述的抛光组合物，其特征在于该组合物还至少含有一种
5 选自烘制的二氧化钛、烘制的氧化锆、烘制的氧化铝和烘制的二氧化硅的组分。
3. 如权利要求 1 或 2 所述的抛光组合物，其特征在于该酸是一种羧酸。
4. 如权利要求 3 所述的抛光组合物，其特征在于该酸选自葡萄糖酸、乳酸、柠檬酸、酒石酸、苹果酸、乙醇酸、丙二酸、甲酸和草酸。
5. 如权利要求 1 或 2 所述的抛光组合物，其特征在于该酸是盐酸或硝酸。
- 10 6. 如权利要求 1 - 5 中任一权利要求所述的抛光组合物，其特征在于氮化硅细粉的初级颗粒平均粒度为 0.01-10 微米。
7. 如权利要求 1 - 6 中任一权利要求所述的抛光组合物，其特征在于该组合物中氮化硅细粉的含量为 0.1-50 重量%，水的含量为 30-99.899 重量%，酸的含量为 0.001-20 重量%。
- 15 8. 如权利要求 1 - 7 中任一权利要求所述的抛光组合物，其特征在于组合物中至少有一种组分选自烘制的二氧化钛、烘制的氧化锆、烘制的氧化铝和烘制的二氧化硅，其量以抛光组合物的重量为基准，最多为 50 重量%。
9. 用于平整化抛光集成电路的抛光组合物，它含有氮化硅细粉、水和一种酸。
- 20 10. 如权利要求 9 所述的用于平整化抛光集成电路的抛光组合物，其特征在于它还含有至少一种选自烘制的二氧化钛、烘制的氧化锆、烘制的氧化铝和烘制的二氧化硅的组分。

说明书

抛光组合物

5 本发明涉及一种抛光组合物，它可用于对半导体、光掩膜、各种存储硬盘的基材和各种工业产品如合成树脂产品或它们的部件进行抛光。本发明具体是涉及一种适合在半导体工业中对晶片器件表面进行平整化抛光的抛光组合物。更具体地说，本发明涉及的是一种具有优良再分散性和高纯度的抛光组合物，它提供了高的抛光速度、能在迄今为止使用化学机械抛光工艺的金属接线或夹
10 层电介质上，对其抛光形成极佳的抛光表面，同时它还可用于元件的隔离和其他很高集成度电路的制造。

近几年来，包括计算机在内的高科技产品的进展引人注目，每年用于这类产品的元件如 ULSI 都以高密量、高速度在逐年发展。因此，在半导体器件的设计线条中，布线宽度在逐年变窄，在生产器件工艺中的焦深日益变浅，对生成
15 图案的表面的平整度要求日益提高。

而且，为了适应由于布线窄化而产生的电阻增加，可将器件叠置，以缩短线长，但形成图案的表面上台阶高度在成为阻碍叠置的一个问题。

因此，要进行这样的布线窄化和器件叠置，必须进行所需表面的平整，消除台阶高度。迄今为止已使用了在玻璃上旋转法、抗腐蚀衬底法或其他平整化
20 方法进行平整。

然而，采用这些常用的方法，虽然可以获得部分平整，却难以得到先进器件所要求的整体平整。因此，现已研究了一种用于平整的化学机械抛光(下面缩写为“CMP”)，这是一种机械抛光或物理抛光与化学抛光组合的方法。

另一方面，人们在研究将 CMP 方法应用到夹层电介质，如二氧化硅薄膜、
25 一种布线材料如铝、钨或铜薄膜、或一种聚硅薄膜的平整，还应用到元件的分隔和其他用途中。近年来还研究了作为元件隔离方法之一的浅槽隔离法。这种方法是在硅片上形成一个浅槽、在其上面形成二氧化硅薄膜、随后采用 CMP 方法进行平整、从而在一狭小区域内达到元件的隔离。这一方法作为用于半导体器件致密化的技术已引起人们注意。

30 进行浅槽隔离的技术目的是，通过对要平整的表面进行抛光，这个表面加工既要均匀，又要在预定的抛光除料程度上结束，而无抛光不足或过量。通常，在要抛光的二氧化硅薄膜下面提供一层较硬的氮化硅薄膜，这样氮化硅薄膜在抛光期间可作为一层阻磨层。应该理解在此使用的抛光剂，应能对二氧化硅薄膜进行有效地抛光，但不会对氮化硅薄膜抛光。

35 一般，以抛光选择性(以后称“选择性”)作为对氮化硅薄膜上的二氧化硅薄

膜进行抛光的灵敏度衡量指标，它是抛光剂对二氧化硅薄膜进行抛光的速率与用同一抛光剂对氮化硅薄膜进行抛光的速率之比。这种选择性的计算法为，抛光剂对二氧化硅薄膜进行抛光的速率除以对氮化硅薄膜进行抛光的速率。

由选择性的定义可知，即使抛光剂抛光氮化硅的速率恒定，随抛光二氧化硅薄膜速率的提高，选择性提高。同样，即使二氧化硅抛光速率恒定，选择性也会随氮化硅薄膜抛光的速率下降而提高。不用说，要求抛光剂抛光氮化硅薄膜的速率最好接近零，而抛光二氧化硅薄膜的速率应尽可能的高。

因此，即使抛光二氧化硅薄膜的速率较高，但若抛光氮化硅薄膜的速率也较高时，尽管选择性很高，这也不是所希望的。由于期望氮化硅薄膜能成为一个阻磨层，起阻止抛光的作用，因此实际上适用的是要有高的选择性，而氮化硅薄膜抛光速率接近零，即使二氧化硅薄膜的抛光速率相当低。

通常，形成的二氧化硅薄膜的厚度约为 5,000-6,000 埃。用普通抛光剂对二氧化硅薄膜进行抛光的速率为几千埃/分钟。而以对二氧化硅薄膜具有高抛光速率的抛光剂对它进行抛光时，在非常短的时间内就会磨去二氧化硅薄膜。对于晶片，具有在氮化硅薄膜上形成二氧化硅薄膜的情况，在用这种抛光组合物抛光时，必须能在磨去二氧化硅薄膜后立刻停止抛光，否则，抛光将会继续到作为阻磨层的氮化硅薄膜。在大多数情况下，抛光组合物对氮化硅薄膜的抛光速率不等于零。因此，如果在磨去二氧化硅薄膜后，抛光还在继续，氮化硅薄膜也会被抛光，而且在极端情况下会全部磨去。由上面可知，非常重要的是要监控 CMP 处理的终点，要求抛光组合物具有合适的抛光速率，即在一定的范围内终点能被精确地检测。

例如，对具有在氮化硅薄膜上形成了二氧化硅薄膜的晶片进行抛光，当氮化硅薄膜部分露出时，必须停止对二氧化硅薄膜的抛光。这一时间称之为“终点”，对终点的检测称为“终点检测”。人们对终点检测的方法进行了各种研究。例如，一种方法是从抛光台的下面发射一束激光到晶片上，来测定抛光过程中剩余薄膜厚度的方法，还有其他测定方法。然而提出的这些方法均未能在实践中应用。因此，一般使用的方法，仍是根据抛光组合物所具有的抛光速率计算磨去预定厚度的二氧化硅薄膜所需要的时间，在计算出的这个预定时间内进行抛光，将这个时间视为终点。

对某一特定生产工艺要获得一定的选择性，一般通过调节抛光加速剂的量来调节选择性。然而很难进行这样的调节，因为即使添加很少量的一种酸也会很大地改变选择性，因此难以获得恒定的选择性或抛光速率。

另一方面，是抛光剂分散在水或其他液体中，抛光组合物它会经久分成三部分，一是沉积饼块部分，一是其中分散了抛光剂的悬浮液部分，一是基本上不含抛光剂的上层清液部分。视抛光组合物的组成情况，可能不会有悬浮液部分形成，即只分成饼块部分和上层清液部分。

抛光组合物的再分散性乃是当振动容器时已沉积在容器底部的饼块再被分散难易程度的标志。因此，可以说饼块容易分散的组合物具有优良的再分散性。另一方面，再分散性差的组合物，在其储存期间比较紧密沉积的抛光剂沉淀会形成紧密结构，从而形成饼块，即沉积在容器底部的抛光剂形成聚集物，有时这些饼不能充分分散，也即由细粉末形成聚结物或粗颗粒，它们会划伤被磨光的表面。而且再分散性差的抛光组合物一旦沉积后，饼块就难以重新分散，因而需要专门的设备、人力和时间来分散这种浆料。因此，要求抛光组合物具有优良的再分散性。

可广泛使用的改善再分散性的物质有纤维素、糖类物质和其他有机物质、聚合絮凝剂、或氧化物溶胶或凝胶和其他无机物质。然而有机物质有诸如腐烂变质和降低抛光速率的问题。而且许多改善再分散性的试剂都有含一定量金属杂质的问题。因此，许多这样的物质不适合在 CMP 处理中用作抛光组合物。

本发明解决了上述问题，本发明的一个目的就是提供一种抛光组合物，它可用于 CMP 处理，并具有所要求的高纯度、高选择性、优良的表面条件和其他基本的抛光性质。

本发明的另一个目的是提供一种抛光组合物，它可降低对氮化硅表面的抛光速率，可调节其选择性、它甚至在储存很长时间后生成的沉淀仍能容易地重新分散，从而防止划伤被抛光的表面。

本发明提供了一种抛光组合物，它含有氮化硅细粉末、水和一种酸。

本发明的抛光组合物，对二氧化硅薄膜的抛光速率大于对氮化硅薄膜的抛光速率，因此可获得较高的选择性。

本发明的抛光组合物还可至少含有一种组分，它是烘制的二氧化钛、烘制的氧化锆、烘制的氧化铝或二氧化硅。添加这些物质后，可进一步降低氮化硅薄膜的抛光速率，并且通过调节其添加量可调节选择性。该组合物长期储存后沉淀的再分散性优良，因而不需要专门的设备、人力和时间用于分散沉积的饼块。而且几乎不形成聚结物和粗颗粒，从而防止了在被抛光表面造成划痕或其他表面缺陷。

下面以一些较好的实施方案详细描述本发明。

氮化硅细粉末

氮化硅在构成本发明抛光组合物的组分中是主要的抛光剂，其形态并无特别的限制，从形态结构角度来看，它可以是例如 α -氮化硅、 β -氮化硅或无定形氮化硅。另外，它也可以是按任何比例混合的这些细粉末的混合物。

氮化硅细粉作为研磨颗粒通过机械作用对表面进行抛光。氮化硅细颗粒的粒度一般为 0.01-10 微米，较好的为 0.05-3 微米，这是指由 BET 方法测定的初级颗粒的平均粒度。如果这种初级颗粒的平均粒度超过 10 微米，就会出现被抛

光的表面粗糙或极可能出现划痕等问题。而如果粒度小于 0.01 微米，抛光速率极慢而无实用价值。

在抛光组合物中氮化硅细粉的含量以组合物的总重量为基准，一般为 0.1-50 重量%，较好的为 1-25 重量%。如果氮化硅细粉的含量太少，抛光速率会变小，而含量太多，无法维持均匀的分散体系，其粘度也太高，难以使用。

水

对本发明中使用的水无特别限制，例如可以是工业水、城市用水、去离子水、蒸馏水或超高纯水。抛光组合物中水的含量一般为 30-99.899 重量%，较好的为 65-98.995 重量%。

酸

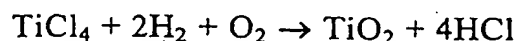
抛光组合物中的酸是通过化学作用来抛光表面。使用的酸可以是一种有机酸或无机酸。只要酸不影响本发明的效果，不特别限制其类型。有机酸中用羧酸特别是羟基羧酸为宜。在羧酸中特别好的是葡糖酸、乳酸、柠檬酸、酒石酸、苹果酸、乙醇酸、丙二酸、甲酸和草酸。无机酸中用盐酸和硝酸为宜。如果需要，这些酸也可以组合使用。

酸的含量，以抛光组合物的总重量为基准，一般为 0.001-20 重量%，较好的为 0.005-10 重量%，酸的用量还可根据其强度变化。添加一定量的一种酸后，本发明的效果将更为明显。另一方面，即使酸的量增加到很高，也不会进一步改善本发明的效果，而且经济上也不合算。添加酸后，抛光组合物的 pH 值一般就不会超过 7。抛光组合物的 pH 值随各种添加物的加入而变化，但为了获得本发明的效果，pH 值最好维持在不高于 7 的水平。

烘制的二氧化钛/烘制氧化锆/烘制氧化铝/烘制二氧化硅

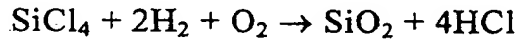
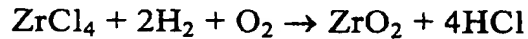
本发明的抛光组合物最好含有烘制的二氧化钛、烘制氧化锆、烘制氧化铝或烘制二氧化硅。加入这类添加物的目的是改进抛光组合物的再分散性，并降低对氮化硅的抛光速率来提高选择性。本发明中使用的烘制的二氧化钛、烘制氧化锆、烘制氧化铝和烘制二氧化硅是指其制备方法是，能够产生这些氧化物的前体化合物如卤化物，特别是氯化物分别在高温下进行热分解。

例如，在空气中燃烧四氯化钛和氢可以制备烘制的二氧化钛。反应方程式如下：



这样烘制的二氧化钛为由几个到数十个微细的初级颗粒相互聚结形成的，具有一种链结构的二次颗粒聚结构。这样的烘制的二氧化钛已有商品，例如从 Nippon Aerosil K.K.公司的商品二氧化钛 P25。

例如，还可按与制备烘制的二氧化钛相同的方式，在空气中分别燃烧锆、铝和硅的氯化物和氢，就可以制备烘制的氧化锆、烘制氧化铝和烘制二氧化硅。这些反应方程式如下：



与烘制的二氧化钛相似，所生成的颗粒的也是由几个到数十个微细的初级颗粒相互聚结形成的具有一种链结构的二次颗粒聚结物。这样烘制的氧化锆可从 Nippon Aerosil K.K.公司得到试样。而烘制的氧化铝和二氧化硅已有商品，例如，Nippon Aerosil K.K.公司的商品分别为氧化铝 C 和 Aerosil。

10 本发明中使用的烘制的二氧化钛、氧化锆、氧化铝或二氧化硅，其用量，以氮化硅细粉的重量为基准，一般为 0.0002-50,000 重量%，较好的为 0.004-2,500 重量%；若以抛光组合物的重量为基准，一般则为 0.0001-50 重量%，较好的为 0.001-25 重量%。在这一含量范围内，烘制的二氧化钛、氧化锆、氧化铝和二氧化硅还可以组合使用。如果含量太少，就难以达到本发明的效果；而含量太多，就不能维持均匀的分散物系，其粘度也太高，使使用发生困难。

15 本发明抛光组合物优良抛光效应的详细机理尚不了解。然而可以认为，一种酸的存在对于氮化硅细粉在抛光组合物中的分散状态是有作用的，而这样的分散状态对抛光过程有利。

20 也还不了解添加烘制的二氧化钛、氧化锆、氧化铝或二氧化硅能降低对氮化硅薄膜抛光的速率以及获得优良再分散性的详细机理。然而，可以认为氮化硅细粉和所存在的链状结构的烘制的二氧化钛、氧化锆、氧化铝或二氧化硅之间的聚结/分散状态对抛光过程是有利的。

25 抛光组合物

本发明抛光组合物的制备，通常是将所需量的氮化硅细粉混入水中，边分散混合物边加入预定量的一种酸。而且，最好还将预定量的至少一种选自烘制的二氧化钛、氧化锆、氧化铝和二氧化硅的组分加入分散之。上述各种组分在这个组合物中均匀分散形成悬浮液形态的抛光组合物。可选择任何方式分散这些组分，例如用搅拌器搅拌或超声波分散。

30 在制备抛光组合物中，只要需要，可根据被抛光物体的类型、抛光条件和其他抛光要求，还可以加入各种常用的添加剂，以维持抛光组合物的稳定和质量。

35 这些添加剂的典型例子包括(a) 烘制法以外形式的二氧化硅，如胶体二氧化硅、沉淀二氧化硅等，(b)纤维素类，如纤维素、羧甲基纤维素和羟乙基纤维素，(c)水溶醇类，如乙醇、丙醇和乙二醇，(d)表面活性剂，如烷基苯磺酸钠、福尔

马林与萘磺酸的一种缩合产物, (e)有机聚阴离子物质, 如一种木素磺酸盐和一种聚丙烯酸酯, (f)无机盐, 如硫酸铵、硫酸镁、氯化镁、乙酸钾和硝酸铵, (g)水溶聚合物(乳化剂), 如聚乙烯醇, (h) 烘制法以外形式的氧化铝, 如氧化铝溶胶等其他氧化铝。

5 制备本发明的抛光组合物, 不特别限制混合方法和混合各种添加剂的顺序。

10 本发明的抛光组合物可以制成浓度相当高的储备悬浮液, 便于储藏和运输, 在实际的抛光操作前将其稀释使用。上面提到的较好浓度范围是实际抛光操作所用的浓度。因此, 当组合物以储备悬浮液形式储藏或运输时, 它应具有较高的浓度。

15 按上述方式制备的本发明的抛光组合物再分散性良好, 抛光时不会因积结颗粒造成划痕, 因此可用于对半导体器件、光掩膜、各种存储硬盘的基材、合成树脂等进行抛光。由于该抛光组合物对二氧化硅薄膜具有高的抛光速率, 对氮化硅薄膜则具有较低的抛光速率以及可调节的高选择性, 它特别适合在半导体工业的晶片 CMP 处理中使用。

现在以实施例对本发明的抛光组合物进一步详细描述。然而应理解, 本发明不受这些实施例的限制。

实施例 1 - 23 和比较实施例 1 - 17

20 抛光组合物物的制备

首先, 用一个搅拌器将下面的各种抛光剂分别分散在水中, 得到抛光剂浓度均为 10 重量 % 的一些浆液。在浆液中按表 1 的量混合加入各种酸, 得到比较实施例 1 - 16 的各种样品。

25 烘制的二氧化硅(初级颗粒平均粒度: 0.05 微米)

氧化铈(初级颗粒平均粒度: 0.98 微米)

氧化铝(初级颗粒平均粒度: 0.07 微米)

氧化铬(初级颗粒平均粒度: 0.20 微米)

氧化锆(0.20 微米)

碳化硅(初级颗粒平均粒度: 0.60 微米)

30 α -氮化硅细粉(初级颗粒平均粒度: 0.12 微米)

在比较实施例 17 中, 将 α -氮化硅细粉的浆液静置三个月后进行评价。

用一个搅拌器将 α -氮化硅细粉分散在水中, 获得抛光剂浓度均为 10 重量 % 的一些浆液, 按表 2 所示的量加入各种酸, 混合后得到实施例 1 - 11 的样品。

35 实施例 12 - 23 的样品的制备, 是按与上述相同的方式制备的含 10 重量 % α -氮化硅细粉的一种浆液中, 加入 1 重量 % 的乙醇酸, 按表 2 所示的量加入烘制的二氧化钛(商品名: 二氧化钛 P-25, 50 米²/克, 由 Nippon Aerosil K.K.公

司生产)、煅制氧化锆(试验样品, 40 米²/克, 由 Nippon Aerosil K.K.公司生产)、烘制的氧化铝(商品名: 氧化铝 C, 100 米²/克, 由 Nippon Aerosil K.K.公司生产)或烘制的二氧化硅(Aerosil 90, 900 米²/克, 由 Nippon Aerosil K.K.公司生产)。

5

再分散性试验

对实施例 1 - 23 的样品和比较实施例 1 - 17 的样品, 按下面的条件进行再分散性试验。

(1)将 100 毫升每种充分分散的样品分别加入到 100 毫升的比色管中。

10

(2)对实施例 1 - 23 和比较实施例 1 - 16, 将样品静置两周, 比较实施例 17 的样品静置三个月。每一样品, 固体组分在比色管底部都沉积形成饼块。然后以相同的条件即振幅、速度和方向振荡每一样品, 直到饼块均匀分散。

(3)对每一样品, 用分散所需的振荡时间衡量其再分散性。

15

对沉积的聚结颗粒, 将制备的每一浆液稀释 50 倍, 轻轻搅拌, 随后用一个尼龙网过滤, 检视尼龙网上的滤渣。

结果列于表 1 和 2。

抛光试验

20

随后对已进行了再分散性试验的实施例 1 - 23 和比较实施例 1 - 17 的样品进行抛光试验。

使用的被抛光物体是, 一块表面具有由热氧化方法形成的二氧化硅薄膜的 6 英寸硅片和一块表面具有由低压化学蒸气沉积方法(LPCVD)形成的氮化硅薄膜的 6 英寸硅片(硅片的外径均约为 150 毫米)。对硅片的二氧化硅薄膜表面和氮化硅薄膜表面进行抛光。

25

用单面抛光机(台直径: 570 毫米)进行抛光。将由聚氨酯(IC-1000/Suba 400, 由美国的 Rodel 公司生产)制成的一种叠层抛光垫子粘结在抛光机台子上, 首先安装上具有二氧化硅薄膜的晶片, 抛光 1 分钟, 随后换上具有氮化硅薄膜的晶片, 以相同方式抛光 1 分钟。

30

抛光条件如下: 抛光压力为 490 克/厘米², 抛光台旋转速度为 30rpm, 抛光剂加料速度为 150 毫升/分钟, 晶片旋转速度为 30rpm。

抛光后, 清洗晶片, 干燥, 然后测定 49 个样品抛光后晶片薄膜厚度的减小, 从而分别获得每一试验的抛光速率。

二氧化硅薄膜的抛光速率除以氮化硅薄膜的抛光速率, 得到选择性。

35

抛光后, 清洗每一晶片, 干燥后在暗室一聚光灯下肉眼观察是否存在划痕。结果列于表 1 和 2。

表 1

比较 实施 例	抛光剂	酸	量 (克/升)	抛光速率		选择性 $\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4$	再分 散性	沉积的 聚结 颗粒	划痕
				SiO_2 薄膜 (纳米/分钟)	Si_3N_4 薄膜 (纳米/分钟)				
1	烘制的二氧化硅	-	-	65	15	4.3	1	多	×
2	烘制的二氧化硅	氢氧化钾	6	200	42	4.8	1	多	×
3	烘制的二氧化硅	苹果酸	10	159	79	2.0	1	多	×
4	氧化铈		-	353	232	1.5	1	多	×
5	氧化铈	氢氧化钾	6	1,016	232	4.4	1	多	×
6	氧化铈	草酸	10	315	126	2.5	1	多	×
7	氧化铈	苹果酸	10	19			1	多	×
8	氧化铝	-	-	23		-	1	多	×
9	氧化铬	-	-	289	54	5.4	1	多	×
10	氧化锆	-	-	212	144	1.5	1	多	×
11	氧化锆	氢氧化钾	3	298	119	2.5	1		×
12	氧化锆	苹果酸	10	19	-	-	1	多	×
13	氧化锆	草酸	10	97	65	1.5	1	多	×
14	碳化硅	-	-	35	-		1	多	×
15	氮化硅	-	-	318	84	3.8	1	多	×
16	氮化硅	氢氧化钾	6	303	51	5.9	1	多	×
17	氮化硅	乙醇酸	1	670	43	15.5	1	多	×

表 2

实 施 例	抛 光 剂	酸	量 (克/升)	添 加 剂	量 (克/升)	抛 光 速 率		选 择 性 $\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4$	再 分 散 性	沉 积 的 聚 结 颗 粒	划 痕
						SiO_2 薄膜 (纳米/分钟)	Si_3N_4 薄膜 (纳米/分钟)				
1	氮化硅	苹果酸	10	-	-	577	35	16.4	1	少	△
2	氮化硅	甲酸	10	-	-	848	94	9.1	1	少	△
3	氮化硅	葡萄糖酸	10	-	-	695	17	41.4	1	少	△
4	氮化硅	乳酸	10	-	-	611	19	32.5	1	少	△
5	氮化硅	乙醇酸	10	-	-	670	43	15.5	1	少	△
6	氮化硅	柠檬酸	10	-	-	606	24	25.4	1	少	△
7	氮化硅	酒石酸	10	-	-	533	33	16.3	1	少	△
8	氮化硅	丙二酸	10	-	-	550	45	12.1	1	少	△
9	氮化硅	草酸	0.1	-	-	566	68	8.3	1	少	△
10	氮化硅	硝酸	0.1	-	-	757	80	9.5	1	少	△
11	氮化硅	盐酸	0.1	-	-	763	86	8.9	1	少	△
12	氮化硅	乙醇酸	1	烘制的 二氧化钛	5	419	26	16.2	5	无	◎
13	氮化硅	乙醇酸	1	烘制的 二氧化钛	15	313	18	17.0	5	无	◎
14	氮化硅	乙醇酸	1	烘制的 二氧化钛	45	265	20	13.2	5	无	◎

15	氮化硅	葡萄糖酸	1	烘制的 氧化锆	5	458	23	19.6	5	无	◎
16	氮化硅	葡萄糖酸	1	烘制的 氧化锆	15	337	20	17.3	5	无	◎
17	氮化硅	乙醇酸	1	烘制的 氧化锆	45	267	17	15.7	5	无	◎
18	氮化硅	乙醇酸	1	烘制的 氧化铝	5	465	72	6.5	3	无	◎
19	氮化硅	乙醇酸	1	烘制的 氧化铝	15	401	69	5.8	3	无	◎
20	氮化硅	乙醇酸	1	烘制的 氧化铝	45	296	49	6.0	3	无	◎
21	氮化硅	乙醇酸	1	烘制的 二氧化硅	5	658	79	8.3	3	无	◎
22	氮化硅	乙醇酸	1	烘制的 二氧化硅	15	637	80	8.0	3	无	◎
23	氮化硅	乙醇酸	1	烘制的 二氧化硅	45	588	75	7.9	3	无	◎

以下面标准评价再分散性:

- 1: 振荡 20 次以上, 饼块仍未分散.
- 2: 振荡 15 - 20 次, 饼块分散仍有一些困难.
- 3: 振荡 11 - 15 次, 饼块分散.
- 4: 振荡 6 - 10 次, 饼块分散.
- 5: 振荡 1 - 5 次, 饼块分散.

以下面标准评价划痕:

- ◎: 肉眼观察不到划痕.
- : 肉眼基本上观察不到划痕.
- △: 肉眼观察到一些划痕.
- ×: 肉眼观察到较多划痕.

由表 1 和 2 的结果可知, 对二氧化硅薄膜的抛光速率, 本发明实施例 1 - 11 的抛光组合物都显著高于除比较实施例 17 以外的所有比较实施例的抛光组合物, 每一实施例的选择性与比较实施例的选择性相比均有明显改进, 而且几乎没有沉积的聚结颗粒和由其引起的划痕.

很明显, 加入烘制的二氧化钛、氧化锆、氧化铝或二氧化硅都很大地改善了再分散性, 未观察到沉积的聚结颗粒和或由其引起的划痕. 而且, 通过调节烘制的二氧化钛、氧化锆、氧化铝或二氧化硅的量可以调节选择性.

肉眼观察被抛光的表面, 没观察到表中所示的划痕之外的表面缺陷.

如前所述, 用本发明的含有氮化硅细粉、水和一种酸的抛光组合物进行抛光, 可提高二氧化硅薄膜的抛光速率, 改善其选择性, 在被抛光表面不会出现表面缺陷. 通过添加至少一种选自烘制的二氧化钛、氧化锆、氧化铝和二氧化硅的组分, 可改善长期储存后沉积的抛光剂的再分散性, 而且能防止形成沉积的聚结颗粒. 从而能防止在被抛光表面出现划痕, 并降低氮化硅薄膜的抛光速率, 又可调节这些添加剂的量调节选择性.